

## JP7316480

Publication Title:

INK JET RECORDING FLUID

Abstract:

Abstract of JP7316480

**PURPOSE:**To obtain the title fluid which can be satisfactorily delivered, is capable of high-reliability recording and can give a black recording having good water resistance, high recording density, high grade, good hue and good fastness such as light resistance even when it is applied to plain paper.  
**CONSTITUTION:**This fluid comprises an aqueous medium, a dispersant and carbon black satisfying the following properties requirements: particle diameter (D) of 25-120nm desirably 25-40nm, DBP absorption (B) of 40-180ml/100g desirably 60-180ml/100g, pH of 2-6, and  $10D+B \geq 400$  desirably  $10D+B \geq 600$ . Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

-----

Courtesy of <http://v3.espacenet.com>

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-316480

(43) 公開日 平成7年(1995)12月5日

|                           |       |        |     |        |
|---------------------------|-------|--------|-----|--------|
| (51) Int.Cl. <sup>6</sup> | 識別記号  | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
| C 0 9 D 11/00             | P S Z |        |     |        |

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 11 頁)

|              |                 |          |   |
|--------------|-----------------|----------|---|
| (21) 出願番号    | 特願平7-72008      | (71) 出願人 | 000005968<br>三菱化学株式会社<br>東京都千代田区丸の内二丁目5番2号        |
| (22) 出願日     | 平成7年(1995)3月29日 | (72) 発明者 | 見勢 信猛<br>神奈川県茅ヶ崎市円蔵370番地 三菱化学<br>株式会社茅ヶ崎事業所内      |
| (31) 優先権主張番号 | 特願平6-61200      | (72) 発明者 | 平佐 崇<br>神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地<br>三菱化学株式会社横浜総合研究所内  |
| (32) 優先日     | 平6(1994)3月30日   | (72) 発明者 | 村田 勇吉<br>神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地<br>三菱化学株式会社横浜総合研究所内 |
| (33) 優先権主張国  | 日本 (J P)        | (74) 代理人 | 弁理士 長谷川 暁司  |
|              |                 | 最終頁に続く   |   |

(54) 【発明の名称】 インクジェット用記録液

(57) 【要約】

【構成】 水性媒体、分散剤及び下記物性を有するカーボンブラックを含有することを特徴とするインクジェット記録液。

【表1】 カーボンブラック物性

粒子径 (D) : 25~120 nm、好ましくは25~40 nm、

DBP吸油量 (B) : 40~180 ml/100 g、好ましくは60~180 ml/100 g、

pH : 2~6

但し、10D+B≧400、好ましくは10D+B≧600である。

【効果】 本発明のインクジェット用記録液を用いることにより、吐出性が良好で、信頼性の高い記録ができ、普通紙に記録した場合にも耐水性が良好で、更に記録濃度が高く、印字品位、色調、耐光性など耐水性以外の堅牢性も良好な黒色の記録物を得ることが可能である。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水性媒体、分散剤及び下記物性を有するカーボンブラックを含有することを特徴とするインクジェット用記録液。

## 【表1】カーボンブラック物性

粒子径 (D) : 25~120 nm

DBP吸油量 (B) : 40~180 ml/100 g

pH : 2~6

但し、 $10D+B \geq 400$ である。

【請求項2】 カーボンブラックとして、揮発分2.5%以下のものを用いることを特徴とする請求項1記載の記録液。

【請求項3】 カーボンブラックとしてファーンエスブラックを用いることを特徴とする請求項1または2に記載の記録液。

【請求項4】 物性値が、 $10D+B \geq 600$ であるカーボンブラックを用いることを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の記録液。

【請求項5】 下記物性を有するカーボンブラックを含有することを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載の記録液。

## 【表2】カーボンブラック物性

粒子径 (D) : 25~40 nm

DBP吸油量 (B) : 60~180 ml/100 g

pH : 2~6

【請求項6】 カーボンブラックの粒子径 (D) が40~80 nmであるものを用いることを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載の記録液。

【請求項7】 分散剤としてカチオン性分散剤を使用することを特徴とする請求項1~5のいずれかに記載の記録液。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はインクジェット記録に適した黒色系の記録液に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、インクジェット記録用の記録液としては酸性染料や直接染料を水性媒体中に溶解した水性インク、あるいは、油性染料を有機溶剤中に溶解した溶剤系インクが使用されている。溶剤系インクは溶剤を使用するため、環境安全面で問題があり、用途が限られており、オフィスなどでの使用はできない。一方水性インクは水溶性の色素を使用するため、特に、普通紙に記録した場合、記録物の耐水性が劣ることが問題である。また、これらの染料を用いたインクの記録物は耐光性の面でも不十分である。

【0003】 前記の問題点を改良するため、色材として耐水性、耐光性に優れたカーボンブラックを用い、カーボンブラックを水性媒体中に分散した水性分散インクが一部で用いられている。しかし、従来のカーボンブラッ

クの水性分散インクは、カーボンブラックの分散安定性が充分でなく、記録時にノズルの目詰りを生じ、安定した記録を実施することが困難であった。また、記録濃度が充分でないことも問題である。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明はインクジェット記録用として、普通紙に記録した場合にも耐水性が良好で高濃度の記録が可能で、更に吐出性が良好で記録の信頼性M高く、記録物の印字品位、色調、耐光性など耐水性以外の堅牢性も良好な記録が可能であると共に、長時間保存した場合の安定性が良好である、カーボンブラックを含有する水性分散インクの提供を目的とするものである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明の要旨は、水性媒体、分散剤及び下記物性のカーボンブラックを含有することを特徴とするインクジェット用記録液に存する。

## 【0006】

## 【表3】カーボンブラック物性

粒子径 (D) : 25~120 nm

DBP吸油量 (b) : 40~180 ml/100 g

pH : 2~6

但し、 $10D+B \geq 400$ である。

【0007】 以下、本発明を詳細に説明する。本発明の記録液に使用されるカーボンブラックは、市販品を使用することが出来るが、その粒子径は25~120 nm、DBP吸油量は40~180 ml/100 g、pHは2~6、かつ $10D+B \geq 400$ の範囲になければならない。更に耐擦性を重要視する場合は、粒子径が25~40 nm、DBP吸油量が60~180 ml/100 g、pHが2~6の範囲のものが好ましく、また印字濃度を重要視する場合には、粒子径が40~80 nmのものが好ましい。またその揮発分は少ない方が長期の吐出安定性が良く、特に2.5%以下のものが好ましい。

【0008】 尚、本願において、粒子径とはカーボンブラックの一次粒子径のことであり、電子顕微鏡による算術平均径を表す。またDBP吸油量は、アブソープトメーターを使用し、カーボンブラックにジブチルフタレート (DBP) を添加した時の最大トルクの70%から求めた100 g当たりの量を示す。さらにpHはカーボンブラックと蒸留水の混合液をガラス電極メーターで測定した値であり、揮発分 (%) はカーボンブラックを950℃で7分間加熱した時の減量を百分率で示したものである。

【0009】 本発明で使用される上記の要件を満足するカーボンブラックとしては、具体的には三菱化学 (株) 製の商品MA230、MA220及びコロニアンカーボン社製の商品Raven14等が挙げられる。また $10D+B \geq 400$ でpHが7以上のカーボンブラックをオゾン等の酸化剤で酸化処理を施してpHを2~6の範

用としたものも使用可能である。

【0010】本発明の記録液に用いられる分散剤としては、各種の陰イオン性（アニオン性）界面活性剤、非イオン性（ノニオン性）界面活性剤、陽イオン性（カチオン性）界面活性剤、両性界面活性剤、高分子系分散剤等が挙げられる。陰イオン性界面活性剤としては脂肪酸塩類、アルキル硫酸エステル塩類、アルキルベンゼンスルホン酸塩類、アルキルナフタレンスルホン酸塩類、スルホコハク酸塩類、アルキルスルホコハク酸塩類、アルキルジフェニルエーテルジスルホン酸塩類、アルキルリン酸塩類、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩類、ポリオキシエチレンアルキルアリル硫酸エステル塩類、アルカンスルホン酸塩類、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物類、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル類、 $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩類等が挙げられる。

【0011】非イオン性界面活性剤としてはポリオキシエチレンアルキルエーテル類、ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル類、ポリオキシエチレン誘導体類、オキシエチレン／オキシプロピレンブロックコポリマー類、ソルビタン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル類、グリセリン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレンアルキルアミン類等が挙げられる。

【0012】陽イオン性界面活性剤及び両性界面活性剤としてはアルキルアミン塩類、第4級アンモニウム塩類、アルキルベタイン類、アミノキサイド類が挙げられる。また、高分子系分散剤としてはポリアクリル酸、スチレン／アクリル酸共重合体、スチレン／アクリル酸／アクリル酸エステル共重合体、スチレン／（無水）マレイン酸共重合体、スチレン／（無水）マレイン酸／アクリル酸エステル共重合体、スチレン／メタクリル酸共重合体、スチレン／メタクリル酸／アクリル酸エステル共重合体、スチレン／（無水）マレイン酸ハーフエステル共重合体、ビニルナフタレン／（無水）マレイン酸共重合体、ビニルナフタレン／アクリル酸共重合体あるいはこれらの塩、及びこれらのアルキルアミン塩型もしくは第4級アンモニウム塩型のカチオン性高分子系分散剤が挙げられる（尚、（無水）マレイン酸は「無水マレイン酸又はマレイン酸」を表す）。これらのうち、カチオン性分散剤が特に優れている。

【0013】本発明の記録液に用いられる水性媒体は水を主体とするが、水に水溶性有機溶剤を添加して用いるのが好ましい。水溶性有機溶剤としてはエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール（#200、#400）、グリセリン、上記グリコール類のアルキルエーテル類、N-メチルピロリドン、1、3-ジメチルイミダゾリノン、チオ

ジグリコール、2-ピロリドン、スルホラン、ジメチルスルホキシド、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、エタノール、イソプロパノール等が挙げられる。

【0014】本発明の記録液には色素、特に水に実質的に溶解しない色素を併用してもよい。例えば、赤色系、紫色系、青色系、緑色系、黒色系の分散染料、油溶性染料、溶剤染料、樹脂用染料、顔料などとして市販されている物を使用することができる。具体的にはカラーインデックスに記載されているディスパースレッド、ディスパースバイオレット、ディスパースブルー、ディスパースグリーン、ディスパースブラック、溶剤染料、溶剤染料バイオレット、溶剤染料ブルー、溶剤染料グリーン、溶剤染料ブラック、ピグメントレッド、ピグメントバイオレット、ピグメントブルー、ピグメントブラックなどの色素が挙げられるが、それら以外でもフタロシアニン系、アゾ系、アントラキノ系、アゾメチン系、縮合環系などの色素も用いることができる。

【0015】これらの色素を併用する場合は、色素はカーボンブラックに対して10～100重量%の範囲で用いられることが好ましく、特に20～50重量%が好ましい。本発明の記録液には上記の成分の他に、水溶性樹脂、防曇剤、殺菌剤、pH調整剤、尿素等を必要に応じて添加しても良い。

【0016】本発明の記録液の調製方法としては上記の各成分を混合し、分散機を用いてカーボンブラックの凝集粒子を微粒子に磨砕、分散処理することにより行われる。分散機としてはボールミル、ローミル、サンドグラインドミル等が用いられるが、特にサンドグラインドミルが好ましい。磨砕、分散処理の後濾過機あるいは遠心分離機を用いて粗大粒子を除去する。カーボンブラックの凝集粒子の粒径は1 $\mu$ m以下に調製することが望ましい。尚色素を併用する場合には、この色素の粒径もカーボンブラックと同程度の大きさに分散処理することが好ましい。カーボンブラック、分散剤、水以外の成分は磨砕、分散処理後に添加しても良い。また、磨砕、分散処理は高濃度で調製することにより効率的に実施できるので、高濃度で調製した処理液を、最終的に水性媒体で希釈して記録液の濃度を調整することが好ましい。

【0017】カーボンブラックの使用量は記録液中、1～10重量%の範囲が好ましく、3～8重量%が特に好ましい。分散剤はカーボンブラックに対して5～100重量%の範囲が好ましいが、粒子径が25～40nm、特に30nm付近のものを使用する時は20～50重量%が特に好ましく、粒子径が40nm以上のものを使用する際は5～20重量%が特に好ましい。記録液中の水溶性有機溶剤の使用量は5～30重量%の範囲が好ましく、10～20重量%が特に好ましい。水の使用量としては、これらの各成分を含み、記録液を100重量%とするに必要な残量であり、60～90重量%の範囲であ

る。

【0018】また、上記のカーボンブラック、分散剤、有機溶剤としては各々1種類のを単独で用いても良いが、場合により2種以上のものを併用することにより、より一層の効果をあげることができる。

【0019】

【実施例】以下、本発明を実施例によって更に詳細に説\*

| 記録液の組成                                   | 使用量(部) |
|--|--------|
| グリセリン                                    | 34     |
| リボランPB-800                               | 4      |
| ( $\alpha$ -オレフィンスルホン酸塩系分散剤、ライオン(株)の商品名) |        |
| カーボンブラック MA230                           | 11     |
| (三菱化学(株)の商品名)                            |        |
| イオン交換水                                   | 51     |

# 合 計

100

【0021】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、

【0022】(印字試験)上記実施例に記された方法で得られた記録液を用いて、インクジェットプリンター(DeskJet 1200C、ヒューレット・パカード社製品)を用いて、電子写真用紙(Xerox 4024紙、Xerox社製品)にインクジェット記録を行った結果、目詰まり等なく安定でかつ良好な吐出性を示し、印字品位の良好な印字物であった。

【0023】(印字濃度評価)上記の印字試験で得た印字物の濃度をマクベス反射濃度計(RD914)を用いて測定した。評価結果は第1表に示した。

【0024】(耐水性試験)印字試験で得た印字物をピーカーに取った水道水に5秒間及び5分間浸漬した。5秒浸水試験については印字物乾燥後、字汚れの有無を目視判断した。評価は以下のように分類した。

【0025】

【表5】○…字汚れほとんど無し

△…かすかに字汚れ有るが実用上問題無し

×…字汚れがひどい

【0026】5分浸水試験については印字物乾燥後マクベス反射濃度計(RD914)を用いて印字濃度を測定し、浸水後の光学濃度と浸水前の光学濃度の比を残存率として百分率で表した。この評価法では数字が大きいほど耐水性がよいことになる。5秒浸水試験、5分浸水試験共に結果を第1表に示した。

【0027】(耐水性試験)印字物をキセノンフェード

記録液の組成  
グリセリン

使用量(部)  
34

\*明するが、本発明はその要旨を越えない限りこれらの実施例に限定されるものではない。

実施例1

(記録液の調製)

【0020】

【表4】

メーター(スガ試験機(株)製品)を用いて10時間照射した後の変退色を目視評価した。評価は以下のように分類し、第1表に示した。

【0028】

【表6】○…良好

△…変退色有るが実用上問題無し

×…変退色がひどい

【0029】(記録液の保存安定試験)記録液をテフロン容器に密閉し、60℃で1ヶ月保存した。ゲル化や沈澱物の有無を目視評価した。評価は以下のように分類し、第1表に示した。

【0030】

【表7】○…ゲル化や沈澱物ほとんど無し

△…かすかにゲル化や沈澱物がみられるが実用上問題無し

×…ゲル化や沈澱物がひどい

【0031】(マーカ―耐性試験)印字試験で得た印字物を黄色の蛍光ペンで上からなぞったときの地汚れの有無を目視判断した。結果は以下のように分類し、下記第1表に示した。

【0032】

【表8】○…地汚れほとんど無し

△…かすかに地汚れあるが実用上問題無し

×…地汚れがひどい

【0033】(色調評価)印字試験で得た印字物の色調を分光式色差計(商品名:SZ-Σ80、日本電色工業株式会社製品)で測定した。評価は第1表に示した。

【0034】実施例2

(記録液の調製)

【0035】

【表9】

|   |    |
|---|----|
| 7                                       | 8  |
| ポリスターS2-1020 (不揮発分)                     | 4  |
| (無水マレイン酸/ポリスチレン共重合物系分散剤<br>日本油脂(株)の商品名) |    |
| カーボンブラック MA230                          | 11 |
| イオン交換水                                  | 51 |

## 合 計

100

【0036】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。10  
このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験\*

\* 験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方  
法で行った。評価結果を第1表に示した。

【0037】実施例3

(記録液の調製)

【0038】

【表10】

| 記録液の組成                     | 使用量(部) |
|----------------------------|--------|
| グリセリン                      | 34     |
| リパールNTD                    | 4      |
| (スルホコハク酸塩系分散剤、ライオン(株)の商品名) |        |
| カーボンブラック MA230             | 11     |
| イオン交換水                     | 51     |

## 合 計

100

【0039】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。  
このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験※

※ 験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方  
法で行った。評価結果は下記第1表に示した。

【0040】実施例4

(記録液の調製)

【0041】

【表11】

| 記録液の組成            | 使用量(部) |
|-------------------|--------|
| グリセリン             | 16     |
| エチレングリコール         | 18     |
| リポランPB-800        | 0.7    |
| カーボンブラック MA220    | 7      |
| (商品名、三菱化学(株)の商品名) |        |
| イオン交換水            | 58.3   |

## 合 計

100

【0042】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。  
このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 2の濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。なお、試験に用いたカーボンブラックの物性値は第2表に示した。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と

同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。また、得た印字物の色調は好ましい青味ブラックであった。

40 【0043】実施例5

(記録液の調製)

【0044】

【表12】

| 記録液の組成              | 使用量(部) |
|---------------------|--------|
| グリセリン               | 16     |
| エチレングリコール           | 18     |
| ポリスターS2-1020 (不揮発分) | 0.7    |
| カーボンブラック MA220      | 7      |
| イオン交換水              | 58.3   |

## 合 計

100

【0045】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 2の濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。なお、試験に用いたカーボンブラックの物性値は第2表に示した。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と\*10

\*同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。また、得た印字物の色調は好ましい青味ブラックであった。

【0046】実施例6

(記録液の調製)

【0047】

【表13】

## 記録液の組成

## 使用量(部)

グリセリン

16

エチレングリコール

18

リパールNTD

0.7

カーボンブラック MA220

7

イオン交換水

58.3

## 合 計

100

【0048】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 2の濾紙を用いて加圧ろ過し、得られた液を記録液とした。なお、試験に用いたカーボンブラックの物性値は第2表に示した。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施※

※例1と同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。また、得た印字物の色調は好ましい青味ブラックであった。

【0049】実施例7

(記録液の調製)

【0050】

【表14】

## 記録液の組成

## 使用量(部)

グリセリン

16

エチレングリコール

18

リボランPB-800

0.7

カーボンブラック(A)\*1

7

イオン交換水

58.3

## 合 計

100

\*1:カーボンブラック(A)は、三菱化学(株)製の商品名#10をオゾン酸化処理したもので、その物性値は第2表に示した通りである。

【0051】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 2の濾紙を用いて加圧ろ過し、ろ液を記録液とした。なお、試験に用いたカーボンブラッ

クの物性値は第2表に示した。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。また、得た印字物の色調は好ましい青味ブラックであった。

【0052】実施例8

(記録液の調製)

【0053】

【表15】

## 記録液の組成

## 使用量(部)

グリセリン

16

エチレングリコール

18

ポリスターS2-1020(不揮発分)

0.7

カーボンブラック(A)

7

イオン交換水

58.3

## 11

## 合 計

【0054】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 2の濾紙を用いて加圧ろ過し、ろ液を記録液とした。なお、試験に用いたカーボンブラックの物性値は第2表に示した。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と\*

## 記録液の組成

グリセリン

エチレングリコール

リバーLNTD

カーボンブラック MA220

イオン交換水

## 使用量 (部)

16

18

0.7

7

58.3

## 合 計

【0057】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 2の濾紙を用いて加圧ろ過し、ろ液を記録液とした。なお、試験に用いたカーボンブラックの物性値は第2表に示した。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と※

## 記録液の組成

グリセリン

エチレングリコール

シャロールDC902P

(カチオン系分散剤、第一工業製薬(株)の商品名)

カーボンブラック (A)

イオン交換水

## 使用量 (部)

16

18

0.7

7

58.3

## 合 計

【0060】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 2の濾紙を用いて加圧ろ過し、ろ液を記録液とした。なお、試験に用いたカーボンブラックの物性値は第2表に示した。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と

## 記録液の組成

グリセリン

リボランPB-800

カーボンブラック #45

(商品名、三菱化学(株)の商品名)

イオン交換水

## 使用量 (部)

34

4

11

51

## 合 計

100

## 12

## 100

\*同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。また、得た印字物の色調は好ましい青味ブラックであった。

【0055】実施例9

(記録液の調製)

【0056】

【表16】

※同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。また、得た印字物の色調は好ましい青味ブラックであった。

【0058】実施例10

(記録液の調製)

【0059】

【表17】

同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。また、得た印字物の色調は好ましい青味ブラックであった。

【0061】比較例1

(記録液の調製)

【0062】

【表18】



13

【0063】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方\*

| 記録液の組成            |  |
|-------------------|--|
| グリセリン             |  |
| リポランPB-800        |  |
| カーボンブラック MA100    |  |
| (商品名、三菱化学(株)の商品名) |  |
| イオン交換水            |  |

使用量(部)

34

4

11

51

合 計

100

【0066】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方※

| 記録液の組成             |  |
|--------------------|--|
| グリセリン              |  |
| ポリスターS2-1020(不揮発分) |  |
| カーボンブラック #30       |  |
| (三菱化学(株)の商品名)      |  |
| イオン交換水             |  |

使用量(部)

34

4

11

51

合 計

100

【0069】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方★

| 記録液の組成             |  |
|--------------------|--|
| グリセリン              |  |
| ポリスターS2-1020(不揮発分) |  |
| カーボンブラック MA8       |  |
| (三菱化学(株)の商品名)      |  |
| イオン交換水             |  |

使用量(部)

34

4

11

51

合 計

100

【0072】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、

50

14

\*法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、用いたカーボンブラックの物性を第2表に示した。

【0064】比較例2

(記録液の調製)

【0065】

【表19】

※法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、用いたカーボンブラックの物性を第2表に示した。

【0067】比較例3

(記録液の調製)

【0068】

【表20】

★法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、用いたカーボンブラックの物性を第2表に示した。

【0070】比較例4

(記録液の調製)

【0071】

【表21】

濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、用いたカーボンブラックの物性を第2表に示した。

【0073】比較例5

15

16

(記録液の調製)

\*【表22】

【0074】

\*

記録液の組成

使用量(部)

グリセリン

34

リパールNTD

4

カーボンブラック MA7

11

(三菱化学(株)の商品名)

イオン交換水

51

合 計

100

【0075】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No.5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方※

※法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、試験に用いたカーボンブラックの物性値を第2表に示した。

【0076】比較例6

(記録液の調製)

【0077】

【表23】

記録液の組成

使用量(部)

グリセリン

34

リボランPB-800

11

カーボンブラック #45

11

イオン交換水

44

合 計

100

【0078】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No.5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方★

★法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、用いたカーボンブラックの物性を第2表に示した。

【0079】比較例7

(記録液の調製)

【0080】

【表24】

記録液の組成

使用量(部)

グリセリン

34

リボランPB-800

11

カーボンブラック #45

18

イオン交換水

37

合 計

100

【0081】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No.5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方

法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、用いたカーボンブラックの物性を第2表に示した。

【0082】比較例8

(記録液の調製)

【0083】

【表25】

記録液の組成

使用量(部)

グリセリン

34

リボランPB-800

4

カーボンブラック MA11

11

イオン交換水

51

## 合 計

100

【0084】上記の各成分をステンレス製の容器に取り、平均0.5mm径のガラスビーズ152部と共にサンドグラインダーを用いて60時間粉碎処理を行った。このようにして得た液をイオン交換水127部で希釈、攪拌したのち、No. 5Cの濾紙を用いて加圧ろ過し、濾液を記録液とした。印字試験、耐水性試験、耐光性試験\*

\* 験、保存安定性試験及びその評価は実施例1と同様の方法で行った。評価結果は第1表に示した。なお、用いたカーボンブラックの物性を第2表に示した。

【0085】

【表26】

第 1 表

|             |    | 印字<br>濃度 | 耐水性試験 |     | 保存<br>安定性 | 耐光性<br>試験 | 色調   |      | マ-カ-<br>耐性 |
|-------------|----|----------|-------|-----|-----------|-----------|------|------|------------|
|             |    |          | 5秒    | 5分  |           |           | a'   | b'   |            |
| 実<br>施<br>例 | 1  | 1.25     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.45 | 2.54 | ○          |
|             | 2  | 1.23     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.54 | 2.49 | ○          |
|             | 3  | 1.23     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.48 | 2.31 | ○          |
|             | 4  | 1.31     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.18 | 0.90 | △          |
|             | 5  | 1.32     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.23 | 1.05 | △          |
|             | 6  | 1.30     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.31 | 1.10 | △          |
|             | 7  | 1.35     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.28 | 0.63 | △          |
|             | 8  | 1.38     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.36 | 0.65 | △          |
|             | 9  | 1.36     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.33 | 0.68 | △          |
|             | 10 | 1.35     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.35 | 0.64 | △          |
| 比<br>較<br>例 | 1  | 1.09     | ○     | 100 | △         | ○         | 0.42 | 2.34 | ○          |
|             | 2  | 1.09     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.38 | 2.28 | ○          |
|             | 3  | 1.08     | ○     | 100 | △         | ○         | 0.51 | 2.41 | ○          |
|             | 4  | 1.09     | ○     | 100 | △         | ○         | 0.31 | 2.35 | ○          |
|             | 5  | 1.07     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.38 | 2.29 | ○          |
|             | 6  | 1.09     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.43 | 2.48 | ○          |
|             | 7  | 1.12     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.41 | 2.44 | ○          |
|             | 8  | 1.13     | ○     | 100 | ○         | ○         | 0.59 | 3.39 | ○          |

【0086】

【表27】

第 2 表

|       | 粒子径 (nm) | 比表面積 (m <sup>2</sup> /g) | DBP吸油量 (ml/100g) | pH  | 揮発分    |
|-------|----------|--------------------------|------------------|-----|--------|
| MA230 | 30       | 70                       | 113              | 3.0 | 1.5(%) |
| MA220 | 55       | 31                       | 91               | 3.0 | 1.0    |
| (A)   | 84       | 28                       | 86               | 3.0 | 1.2    |
| #45   | 24       | 125                      | 53               | 8.0 | 1.1    |
| MA100 | 22       | 134                      | 100              | 3.5 | 1.5    |
| #30   | 30       | 85                       | 113              | 8.0 | 0.6    |
| MA8   | 24       | 137                      | 58               | 3.0 | 3.5    |
| MA7   | 24       | 137                      | 65               | 3.0 | 3.5    |
| MA11  | 29       | 104                      | 65               | 3.5 | 2.0    |

【0087】

【発明の効果】本発明のインクジェット用記録液を用いることにより、吐出性が良好で信頼性の高い記録ができ、普通紙に記録した場合にも耐水性が良好で、更に記

録濃度が高く、印字品位、色調、耐光性など耐水性以外の堅牢性も良好な黒色の記録物を得ることが可能である。

---

フロントページの続き

(72)発明者 滝本 浩

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内